

FROM :

FAX NO. : 012024780844

Nov. 29 2007 04:50PM P 18

29. Nov. 2007 10:40  
JST

TAKANO&CO. +81-3-3235-1203

NO. 2271 P. 15/40

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-120525

(43)Date of publication of application : 12.05.1998

(51)Int.Cl.

A61K 7/00  
B01J 13/00

(21)Application number : 08-289414

(71)Applicant : SHISEIDO CO LTD

(22)Date of filing : 23.10.1998

(72)Inventor : NAKAMURA TADASHI  
NISHIYAMA SEIJI

### (54) W/O-TYPE EMULSION COSMETIC

#### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a W/O-type emulsion cosmetic exhibiting good emulsion state, stable to temperature variation and aging, smoothly spreadable on the skin and giving a moist, refreshing good feeling to the skin.

**SOLUTION:** This cosmetic is produced by mixing (A) spherical powder of an organopolysiloxane elastomer having an average particle diameter of 2.0-5.0 $\mu$ m and a particle diameter distribution range of 1-15 $\mu$ m with (B) a hydrophobicized silica powder having an average particle diameter of  $\leq$ 0.2 $\mu$ m at an A:B weight ratio of 1:(0.1-5) and compounding the obtained mixture with (C) an oil phase containing  $\geq$ 30wt.% of a silicone oil based on the total oil phase component, (D) an emulsifying agent having an HLB of 5-7, (E) 0.01-1.0wt.% (based on the total cosmetic) of an organic-modified clay mineral such as hectorite modified with a quaternary ammonium salt-type cationic surfactant and (F) water.

#### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 07.11.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3474720

[Date of registration] 19.09.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

29. Nov. 2007 10:41

TAKANO&amp;CO. +81-3-3235-1203

NO. 2271 P. 16/40

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-120525

(43)公開日 平成10年(1998)5月12日

(51)Int.Cl.

識別記号

FI

A61K 7/00

A61K 7/00

N

E

J

B01J 13/00

B01J 13/00

A

審査請求 未請求 請求項の数6 FD (全7頁)

(21)出願番号

特開平8-299414

(22)出願日

平成8年(1996)10月23日

(71)出願人

000001959

株式会社資生堂

東京都中央区銀座7丁目5番5号

(72)発明者

中村 恵司

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株

式会社資生堂第一リサーチセンター内

(72)発明者

西山 聖二

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株

式会社資生堂第一リサーチセンター内

(74)代理人

弁護士 飯野 千恵子

(54)【発明の名称】 油中水型乳化化粧料

(57)【要約】

【課題】 良好な乳化状態を呈し、温度や経時による変化がなく、しかも塗布時に肌上でのがりがよく、みずみずしくさっぱりとした良好な使用感を有する油中水型乳化化粧料を提供する。

【解決手段】 (A) 平均粒径2.0~5.0 $\mu$ mで粒径分布1~15 $\mu$ mのオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体と(B) 平均粒径0.2 $\mu$ m以下の疎水化シリカ粉体とからなり、(A)対(B)の割合が重量比で1:0.1~1:5である混合粉体と、(C) 精油相成分の30重量%以上がシリコーン油である油相と、

(D) HLBが7以下の乳化剤と、(E) 第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤定性ヘクトワイトのような陽性性粘土鉱物を化粧料全量に対して0.01~1.0重量%と、(F) 水とを配合する。

29. Nov. 2007 10:41

TAKANO&amp;CO. +81-3-3235-1203

NO. 2271 P. 17/40

(3)

特開平10-120525

メチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、環状ジメチルポリシロキサン、メチルヒドロジェンポリシロキサン、デカメチルポリシロキサン、ドデカメチルポリシロキサン、テトラメチルテトラヒドロジェンポリシロキサン、高重合メチルポリシロキサン、アミノ酸変性シリコンなどを挙げることができる。ジメチルポリシロキサン油としては、25℃における粘度が0.65～5000cStのもの、メチルフェニルポリシロキサン油としては25℃における粘度が10～1000cStのもの、環状ジメチルポリシロキサン油として10

【0009】本発明に配合される(C)成分のうち、シリコン油以外の油分としては、動植物油としてアボガド油、ツバキ油、マカデミアナッツ油、トウモロコシ油、月見草油、ミンク油、ホホバ油、ナタネ油、ヒマシ油、ヒマワリ油、カカオ油、ヤシ油、コメヌカ油、オリブ油、ラノリン、スクワレン等の天然動植物油類、脂肪酸パラフィン、スクワラン、エリスチン酸イソプロピル、パルミチン酸イソプロピル、ステアリン酸イソプロピル、2-エチルヘキサン酸グリセロール、トリ2-エチルヘキサン酸グリセリル、テトラ2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリット等の脂肪酸エステル類、ジエチレングリコールモノプロピルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンペンタエリスリットールエーテル、ポリオキシプロピレンブチルエーテル、リノール酸エチル等の極性オイルなどを挙げることができる。

【0010】これらの油分は、上記混合粉末(A) + (X, Y) 3 (S, A) 40 (OH) 2 Z 1/2 · n H<sub>2</sub>O ... (1)

【0014】(但し、X=A, F, (III), Mn (II), Cr (III), Y=Mg, Fe (II), Ni, Zn, Li, Z=K, Na, Ca)

【0015】具体的にはモンモリロナイト、サポナイト、ヘクトライト等の天然または合成(この場合、式中の(OH)基がフッ素で置換されたもの)のモンモリロナイト群(市販品ではビーガム、クニピア、ラポナイト等がある。)およびナトリウムシリシクマイカやナトリウムまたはリチウムテオライトの名で知られる合成雲母(市販品ではダイモナイト、トピー工業(株)等がある。)等の粘土鉱物を第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤で処理して得られる。

【0016】ここで用いられる第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤は、下記一般式(2)で表されるものである。

【0017】

【化2】

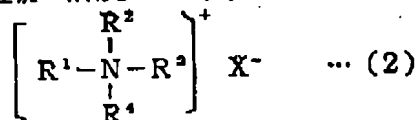
(B)と(C)の割合が1:5~1:40(重量比)、さらに好ましくは1:6~1:30(重量比)で配合することが望ましい。(A)+(B)1に対し(C)5未満の場合、および30を超えた場合はいずれも乳化安定性が悪くなる傾向がある。本発明において、(A)+(B)+(C)の配合量は、4.0~90.0重量%が望ましい。

【0011】本発明の油中水型乳化化粧料中に配合される(D)成分のHLBが7以下の乳化剤としては、ソルビタンモノラウレート、ソルビタンモノオレート、ソルビタンモノイソステアレート、ソルビタントリスステアレートなどのソルビタン脂肪酸エステル類、グリセロールモノステアレート、グリセロールモノオレートなどのグリセリン脂肪酸エステル類、POE(5)、POE(7, 8)、POE(10)硬化ヒマシ油などのポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリエーテル系のシリコン界面活性剤などが挙げられる。(D)成分の配合量は、系全体の0.01~5.0重量%、さらに好ましくは、0.1~3.0重量%である。0.01重量%未満では本発明の油中水型乳化化粧料を安定化させ難く、また5.0重量%を超えると、べたつきの強い使用感となってしまう。

【0012】本発明に配合される(E)有機変性粘土鉱物は、乳化剤として用いられものである。この有機変性粘土鉱物は、三層構造を有するコロイド性含水ケイ酸アルミニウムの一環で、一般に下記一般式(1)で表される粘土鉱物を第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤で変性したものである。

【0013】

30 【化1】

(OH) 2 Z 1/2 · n H<sub>2</sub>O ... (1)

【0018】(式中、R<sup>1</sup>は炭素数10~22のアルキル基またはベンジル基、R<sup>2</sup>はメチル基または炭素数10~22のアルキル基、R<sup>3</sup>およびR<sup>4</sup>は炭素数1~3のアルキル基またはヒドロキシアルキル基、Xはハロゲン原子またはメチルサルフェート残基を表す。)

【0019】かかる第四級アンモニウム塩型カチオン界面活性剤としては、例えばドデシルトリメチルアンモニウムクロリド、ミリスチルトリメチルアンモニウムクロリド、セチルトリメチルアンモニウムクロリド、ステアリルトリメチルアンモニウムクロリド、アラキルトリメチルアンモニウムクロリド、ベヘニルトリメチルアンモニウムクロリド、ミリスチルジメチルエチルアンモニウムクロリド、セチルジメチルエチルアンモニウムクロリド

29. Nov. 2007 10:41

TAKANO&amp;CO. +81-3-3235-1203

NO. 2271 P. 18/40

(5)

特開平10-120525

説明する。

【0027】【評価法】

(1) 使用感

女性専門パネル約10人により以下の評価基準に基づいて使用性の評価を行った。

①肌上でののび

◎：非常にのびがよい。

○：のびがよい。

△：ややのびがよい。

×：のびが悪い。

②べたつき

◎：非常にべたつきが少ない。

○：べたつきが少ない。

△：ややべたつく。

×：べたつく。

③みずみずしさ

◎：非常にみずみずしい。

○：みずみずしい。

△：ややみずみずしい。

×：みずみずしくない。

【0028】(2) 乳化安定性

クリームを、それぞれ50℃、37℃、室温および0℃で1ヶ月間放置し、その安定性を評価した。

◎：外観異常なし。

○：一部でわずかに油浮きしている。

△：油浮きしている。

×：分離している。

10 【0029】実施例1～6、比較例1～4

表1～表2に記載した配合処方により乳液を調製し、使用感および乳化安定性を評価すると共に、乳化粒子の平均粒子径と粒径分布を測定した。その結果を表3に示す。なお、オルガノポリシロキサンエストマー球状粉体としては、トレフィルE-506Gを用いた。

【0030】

【表1】

成分 (%)	実 施 例					
	1	2	3	4	5	6
スクワラン	5.0	4.0	5.0	5.0	5.0	4.0
ミリスチン酸イソプロピル	5.0	4.0	5.0	2.0	5.0	4.0
2-エチルヘキサン酸セチル	5.0	1.0	5.0	8.0	5.0	1.0
デカメチルシクロペンタシロキサン	10.0	5.0	5.0	5.0	10.0	15.0
ジメチルポリシロキサン (Dcst)	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
オルガノポリシロキサンエストマー球状粉体	3.0	0.5	0.8	2.5	2.5	2.5
ジメチルシリル化シリカ粉体	1.0	2.0	0.8	0.5	0.5	0.5
グリセリルイソステアレート (HLB=4)	0.5	1.0	1.0	1.0	0.3	0.5
ペントン38 (有機変性粘土鉱物)	0.07	0.7	1.0	0.01	0.1	1.0
乳酸ナトリウム	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
精製水	残部	残部	残部	残部	残部	残部
ジプロピレングリコール	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0

【0031】

【表2】

成分 (%)	比 較 例			
	1	2	3	4
スクワラン	5.0	4.0	5.0	5.0
ミリスチン酸イソプロピル	5.0	4.0	5.0	2.0
2-エチルヘキサン酸セチル	5.0	1.0	5.0	8.0
デカメチルシクロペンタシロキサン	10.0	5.0	5.0	5.0
ジメチルポリシロキサン (Dcst)	5.0	5.0	5.0	5.0
オルガノポリシロキサンエストマー球状粉体	3.0	3.5	3.0	3.5
ジメチルシリル化シリカ粉体	1.0	0.5	1.0	0.5
グリセリルイソステアレート (HLB=4)	1.0	1.0	1.0	1.0

29. Nov. 2007 10:42

TAKANO&amp;CO. +81-3-3235-1203

NO. 2271 P. 19/40

(7)

特開平10-120526

(3) トリメチルグリシン	5. 0
(4) プロピレングリコール	8. 0
(5) スクワレン	5. 0
(6) ペンタエリスリトールテトラ-2-エチルヘキサノエート	5. 0
(7) メチルフェニルポリシロキサン	6. 0
(8) オクタメチルシクロテトラシロキサン	15. 0
(9) トレフィルE-506C	2. 0
(10) アエロジルR972	0. 5
(11) シリコンSC9450N	3. 0
(信越シリコーン社製, HLB=4. 5)	
(12) ベントン38	0. 05
(13) トラネキサム酸	適量
(14) メチルパラベン	適量
(15) 香料	適量

(製法) (5)~(8), (11), (12), (15)を室温にて混合した油相に、(9), (10)の粉体を徐添しながら均一に分散を行う。その後、(1)に(2), (3), (13)を溶解したものに、(4)に(14)を溶解したものを加えた水相を前記油相に徐添

し、ホモミキサーで均一に分散後、乳化粒子を整え、乳液を得る。

【0035】

## 実施例9 日焼け防止用乳液

(1) 精製水	残部
(2) 食塩	1. 0 重量%
(3) グルタミン酸ナトリウム	1. 0
(4) プロピレングリコール	8. 0
(5) ペンタエリスリトールテトラ-2-エチルヘキサノエート	1. 0
(6) セチル-2-エチルヘキサノエート	1. 0
(7) メチルフェニルポリシロキサン	5. 0
(8) デカメチルシクロペンタシロキサン	15. 0
(9) トレフィルE-506C	2. 5
(10) アエロジルR972	1. 0
(11) シリコンSC9450N	1. 0
(信越シリコーン社製, HLB=4. 5)	
(12) ジグリセロールジオレート (HLB=4. 0)	1. 0
(13) ベントン38	0. 1
(14) オクチルメトキシシンナメート	10. 0
(15) 2, 4-ジヒドロキシベンゾフェノン	3. 0
(16) ビタミンA	適量
(17) メチルパラベン	適量
(18) 香料	適量

(製法) (5)~(8), (11)~(16), (18)を室温にて混合した油相に、(9), (10)の粉体を徐添しながら均一に分散を行う。その後、(1)に(2), (3)を溶解したものに、(4)に(17)を溶解したものを加えた水相を前記油相に徐添し、ホモミキサーで均一分散後、乳化粒子を整え、日焼け防止用乳液を得る。

【0036】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、良好な乳化状態を呈し、温度や経時による変化がなく、しかも塗布時に肌上でのがりがよく、みずみずしくさっぱりとした良好な使用感を有する油中水型乳化化粧料を得ることができる。